

**ABRASION SOLUTION****Publication number:** JP10273648**Publication date:** 1998-10-13**Inventor:** ISHIGURO TADASHI; RYOMO KATSUMI; FUJIYAMA MASAHI**Applicant:** FUJI PHOTO FILM CO LTD**Classification:**- **international:** C09K3/14; C09K3/14; (IPC1-7): C09K3/14- **European:****Application number:** JP19970076896 19970328**Priority number(s):** JP19970076896 19970328**Report a data error here****Abstract of JP10273648**

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain an abrasion solution capable of suppressing aggregation, gelatinization and solidification with time and securing handleability and excellent abrasivity, by adding an alcohol in a specific ratio to an abrasion solution containing an abradant. **SOLUTION:** This abrasion solution is obtained by adding 3-50 wt.% of an alcohol (preferably a 1-4C alcohol methanol or ethanol) to an abrasion solution composed of an abradant and an aqueous solution. Preferably, an abradant having 50 400 m<sup>2</sup>/g specific surface area SBET by powder BET method (nitrogen absorption method) and 5-1,000 nm particle size is used as the abradant. Consequently the viscosity of the abrasion solution can be reduced without lowering the concentration of the abradant, the occurrence of solidification caused by aggregation of the abradant and the gelatinization of the abrasion solution can be suppressed and handleability of the abrasion solution is facilitated.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-273648

(43)公開日 平成10年(1998)10月13日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>

C 09 K 3/14

識別記号

550

F I

C 09 K 3/14

550Z

審査請求 未請求 請求項の数4 OL (全10頁)

(21)出願番号

特願平9-76896

(22)出願日

平成9年(1997)3月28日

(71)出願人 000005201

富士写真フィルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72)発明者 石黒 忠

神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フィルム株式会社内

(72)発明者 両毛 克己

神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フィルム株式会社内

(72)発明者 藤山 正昭

神奈川県小田原市扇町2丁目12番1号 富士写真フィルム株式会社内

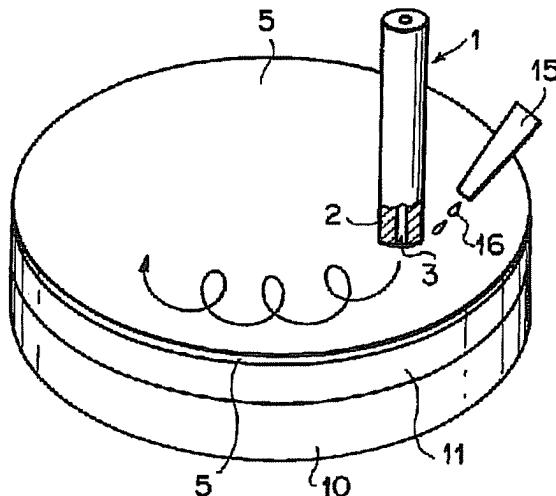
(74)代理人 弁理士 柳田 征史 (外1名)

(54)【発明の名称】 研磨液

(57)【要約】

【課題】 水溶液に研磨剤を分散してなる研磨液の経時による凝集およびゲル化による固化を抑制し取り扱い性を改善し良好な研磨性を確保する。

【解決手段】 被研磨体1を研磨するときに用いる研磨剤と水溶液からなる研磨液16であって、この研磨液がアルコールを3~5 wt%含んでなる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】被研磨体を研磨するときに用いる研磨剤と水溶液からなる研磨液において、該研磨液がアルコールを、3～50wt%含むことを特徴とする研磨液。

【請求項2】前記アルコールの炭素数が1～4であることを特徴とする請求項1に記載の研磨液。

【請求項3】前記研磨剤の比表面積が50～400m<sup>2</sup>/gであることを特徴とする請求項1または2に記載の研磨液。

【請求項4】前記研磨剤の粒子サイズが5～1000nmであることを特徴とする請求項1または2に記載の研磨液。 10

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、被研磨体を研磨するときに用いる研磨剤を含有する研磨液に関し、詳しくは経時によるゲル化を抑制するようにした研磨液に関するものである。

## 【0002】

【従来技術】従来より、光ファイバ、PDPガラス板研磨、PDPリブ研磨、磁気ディスク、磁気テープなどの被研磨体を研磨する際に、この被研磨面と研磨シート等の摺接部分に研磨剤と水溶液とからなる研磨スラリーによる遊離砥粒研磨液を供給しつつ行う湿式研磨が知られている。

【0003】上記研磨液は、水溶液に粉体粒子による研磨剤を分散懸濁したスラリーが使用され、その研磨剤が粗粒子の場合にはスラリー中の研磨剤が沈降した状態となり、一方、研磨剤が微粒子の場合にはこの研磨剤が凝集し、時間が経過すると研磨液のゲル化が生じる。特にゲル化が生じると研磨液の固化が始まり、攪拌しても初期の分散状態に修復が不可能であり、長期間の保存が行えず取り扱いが煩雑となる問題を有している。

【0004】例えば、フェルール穴に光ファイバーを挿入固定してなる光コネクターフェルールの先端を凸状球面に研磨する技術として、特開平3-81708号公報に見られるように、セルローズ系の樹脂フィルムに一定張力を付与し、この樹脂フィルムの面に光コネクターフェルールの先端を押圧摺動しつつ、その接触部分にシリカ系の研磨剤を有する遊離砥粒研磨液を供給して研磨するようにした研磨方法が提案されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記のような研磨剤を分散した研磨液は、前述のように時間の経過と共に研磨剤の凝集、研磨液のゲル化および固化の現象が発生して使用不能となったり、上記現象が発生しないように常時攪拌を必要とするなどの取り扱いの面で問題を有している。

【0006】具体的には、水溶液中の研磨剤の配合量を増加すると粘度が増大する傾向を有し、凝集ゲル化が促

進されることになるが、上記研磨剤の配合量を低減して濃度を低くすることは、被研磨面の摺接部に介在する研磨剂量が低減して良好な研磨性を得ることが困難となり、この研磨剤の濃度はある程度の値を確保する必要がある。その結果、経時変化による前述のような研磨剤の凝集、研磨液のゲル化、固化の現象が発生することになり、研磨条件の管理等による良好な研磨性の維持が煩雑となっている。

【0007】本発明は上記点に鑑みなされたものであって、水溶液に研磨剤を分散してなる研磨液の経時による凝集およびゲル化による固化を抑制し取り扱い性を改善し良好な研磨性を確保するようにした研磨液を提供せんとするものである。

## 【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決した本発明の研磨液は、被研磨体を研磨するときに用いる研磨剤と水溶液からなる研磨液において、該研磨液がアルコールを、3～50wt%含むことを特徴とするものである。

【0009】前記研磨液におけるアルコールの添加量は、3wt%未満ではアルコール添加による粘度低下効果が十分に得られず、経時変化によるゲル化および固化の防止作用が不足する。また、アルコールの添加量が50wt%を越えると、研磨液中の研磨剤の有効濃度が低下して、この研磨剤の研磨能力を発揮させることができず研磨性が低下する。

【0010】前記研磨液に添加するアルコールとしては、その炭素数が1～4であるメタノール、エタノール等を使用するのが望ましい。

【0011】また、前記研磨液中の研磨剤としては、粉体のBET法(窒素吸着法)による比表面積S<sub>BET</sub>が50～400m<sup>2</sup>/gであるものを使用することが好適である。さらに、前記研磨剤は、粒子サイズが5～1000nmのものが好適である。

【0012】上記研磨液に添加する研磨剤としては、シリカゲル、酸化アルミナ、酸化チタン、弁柄、ダイヤモンド等の研磨粉体の少なくとも一つを含んだものが使用される。特に好ましくは、純度が98%以上のシリカゲルによるものである。

【0013】また、被研磨体の研磨時には、被研磨体の研磨面を、表面に研磨層を有する研磨シート、研磨テープ、研磨布紙等の研磨体に摺接するか、テフロン、ナイロン、レーヨン、PET繊維材質などの担持膜に摺接して、この摺接部分に研磨液を供給して行うものである。

## 【0014】

【発明の効果】上記のような本発明の研磨液によれば、アルコールを3～50wt%含むことによって、研磨剤の濃度を低下することなく研磨液の粘度を低下させることができ、これによって時間が経過しても研磨剤の凝集および研磨液のゲル化による固化の発生を抑制すること

ができ、研磨液の取り扱いが容易となると共に、研磨における研磨条件の管理も容易となって良好な研磨特性を維持することができる。

## 【0015】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の研磨液およびこの研磨液を使用した研磨方法の実施の形態を示し、本発明をさらに詳細に説明する。図1に研磨状態の概念図を示す。

【0016】被研磨体1としての光コネクターフェルールは、セラミック素材によるフェルール2の中心穴にガラス素材の光ファイバー3を挿入固定してなる。そして、この被研磨体1の先端研磨は、回転台10上に設置したゴム等の弾性体11に研磨体としての研磨シート5を貼り付け、この研磨シート5に被研磨体1の先端を押圧接觸させ、上記回転台10を回転させるとともに、被研磨体1を相対的に遊星運動させるとともに、供給ノズル15から研磨部分に遊離砥粒研磨液16を供給して湿式研磨を行う。

【0017】上記研磨液16は、研磨剤としての粉体を、水(蒸留水)およびアルコールを混合してなる水溶液に添加してなる研磨スラリーで構成してなり、このアルコールとしては炭素数が1~4のもの、例えばエチルアルコールを使用し、その添加量は3~50wt%である。

【0018】また、前記研磨液中の研磨剤としては、シリカゲル、酸化アルミニウム、酸化チタン、弁柄、ダイヤモンド等の研磨粉体の少なくとも一つを含んだものが好ましく、特に好ましくは、純度が98%以上のシリカゲルである。この研磨剤のBET法(窒素吸着法)による比表面積 $S_{BET}$ は50~400m<sup>2</sup>/gであり、粒子サイズは5~1000nmである。

【0019】前記研磨液は、蒸留水およびアルコールをアジャターで高速攪拌しながら、研磨剤(シリカゲル粉末)を徐々に投入し混合溶解することによって得られる。そのpHは必要により調整することができ、また、必要により防歎剤、分散剤その他の添加剤を使用することができ、さらに、必要により品目判別を容易にするため着色剤を用いることができる。

【0020】次に、上記研磨液を使用する研磨方法に適用可能な研磨体(研磨シート)としては、可撓性支持体の片面に研磨剤とバインダー等からなる研磨層を有しており、また、支持体と研磨層の間に下塗層を、支持体の裏面にバック層を設けてよい。

【0021】前記研磨液の遊離砥粒としての研磨剤、および研磨シートの研磨層で用いられる研磨剤は、一般的に研磨作用若しくは琢磨作用をもつ材料で、 $\alpha$ -アルミニウム、 $\gamma$ -アルミニウム、 $\alpha$ ・ $\gamma$ -アルミニウム、熔融アルミニウム、炭化珪素、酸化クロム、酸化セリウム、コランダム、人造ダイヤモンド、ダイヤモンド、 $\alpha$ -酸化鉄、ザクロ石、エメリー(主成分:コランダムと磁鐵鉱)、ガーネット、珪石、窒化珪素、窒化硼素、炭化モリブデン、炭

化硼素、炭化タングステン、チタンカーバイド、トリボリ、ケイソウ土、ドロマイド等で、主としてモース硬度6以上の材料が1内至4種迄の組み合わせで使用される。

【0022】これらの研磨剤は研磨液用および研磨層用共に、平均粒子サイズが0.005~100μmの大きさのものが被研磨体の種類等に応じて使用され、特に好ましくは0.01~50μmである。

【0023】これら研磨剤の具体例としては、特公昭52-28642号、特公昭49-39402号、特開昭63-98828号、米国特許3687725号、米国特許3007807号、米国特許3041196号、米国特許3293066号、米国特許3630910号、米国特許3833412号、米国特許4117190号、英国特許1145349号、西独特許853211号等に記載されている。

【0024】前記研磨シートの研磨層に使用されるバインダーとしては、従来公知の熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂、電子線硬化型樹脂、紫外線硬化型樹脂、可視光線硬化型樹脂やこれらの混合物が使用される。

【0025】熱可塑性樹脂としては軟化温度が150°C以下、平均分子量が10000~30000、重合度が約50~2000程度のものでより好ましくは200~600程度であり、例えば塩化ビニル酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル共重合体、塩化ビニル酢酸ビニルビニルアルコール共重合体、塩化ビニルビニルアルコール共重合体、塩化ビニル塩化ビニリデン共重合体、塩化ビニルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、アクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、アクリル酸エステルスチレン共重合体、メタクリル酸エステルアクリロニトリル共重合体、メタクリル酸エステル塩化ビニリデン共重合体、メタクリル酸エステルスチレン共重合体、ウレタンエラストマー、ナイロン-シリコン系樹脂、ニトロセルロース-ポリアミド樹脂、ポリフッカビニル、塩化ビニリデンアクリロニトリル共重合体、ブタジエンアクリロニトリル共重合体、ポリアミド樹脂、ポリビニルブチラール、セルロース誘導体(セルロースアセテートブチレート、セルロースダイアセテート、セルローストリアセテート、セルロースプロピオネート、ニトロセルロース、エチルセルロース、メチルセルロース、プロビルセルロース、メチルエチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、アセチルセルロース等)、スチレンブタジエン共重合体、ポリエステル樹脂、ポリカーボネート樹脂、クロロビニルエーテルアクリル酸エステル共重合体、アミノ樹脂、各種の合成ゴム系の熱可塑性樹脂及びこれらの混合物等が使用される。これらの樹脂の例示は、特公昭37-6877号、特公昭39-12528号、特公昭39-19282号、特公昭40-5349号、特公昭40-20

907号, 特公昭41-9463号, 特公昭41-14059号, 特公昭41-16985号, 特公昭42-6428号, 特公昭42-11621号, 特公昭43-4623号, 特公昭43-15206号, 特公昭44-2889号, 特公昭44-17947号, 特公昭44-18232号, 特公昭45-14020号, 特公昭45-14500号, 特公昭47-18573号, 特公昭47-22063号, 特公昭47-22064号, 特公昭47-22068号, 特公昭47-22069号, 特公昭47-22070号, 特公昭47-27886号, 特開昭57-133521号, 特開昭58-137133号, 特開昭58-166533号, 特開昭58-222433号, 特開昭59-58642号等、米国特許4571364号、米国特許4752530号の公報等に記載されている。

【0026】熱硬化性樹脂又は反応型樹脂としては、塗布液の状態では200000以下の分子量であり、塗布、乾燥後に加熱加湿することにより、縮合・付加等の反応により分子量が無限大となるものが適している。また、これらの樹脂のなかで、樹脂が熱分解するまでの間に軟化又は溶融しないものが好ましい。具体的には、例えばフェノール樹脂、フェノキシ樹脂、エポキシ樹脂、ポリウレタン樹脂、ポリエステル樹脂、ポリウレタンポリカーボネート樹脂、尿素樹脂、メラミン樹脂、アルキッド樹脂、シリコン樹脂、アクリル系反応樹脂（電子線硬化樹脂）、エポキシポリアミド樹脂、ニトロセルロースメラミン樹脂、高分子量ポリエステル樹脂とイソシアネートブレボリマーの混合物、メタクリル酸塩共重合体とジイソシアネートブレボリマーの混合物、ポリエステルポリオールとポリイソシアネートとの混合物、尿素ホルムアルデヒド樹脂、低分子量グリコール／高分子量ジオール／トリフェニルメタントリイソシアネートの混合物、ポリアミン樹脂、ポリイミン樹脂及びこれらの混合物等である。これらの樹脂の例示は、特公昭39-8103号、特公昭40-9779号、特公昭41-7192号、特公昭41-8016号、特公昭41-14275号、特公昭42-18179号、特公昭43-12081号、特公昭44-28023号、特公昭45-14501号、特公昭45-24902号、特公昭46-13103号、特公昭47-22065号、特公昭47-22066号、特公昭47-22067号、特公昭47-22072号、特公昭47-22073号、特公昭47-28045号、特公昭47-28048号、特公昭47-28922号等の公報に記載されている。

【0027】これらの熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂、反応型樹脂は、主たる官能基以外に官能基として、カルボン酸(COOM)、スルフィン酸、スルフェン酸、スルホン酸(SO<sub>3</sub>M)、磷酸(PO(OM)(OM))、ホスホン酸、硫酸(OSO<sub>3</sub>M)、これらのエステル基等の酸性基(MはH、アルカリ金属、アルカリ土類金

属、炭化水素基)、アミノ酸類；アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または磷酸エステル類、アルキルベタイン型等の両性類基、アミノ基、イミノ基、イミド基、アミド基等、また、水酸基、アルコキシル基、チオール基、アルキルチオ基、ハロゲン基(F、Cl、Br、I)、シリル基、シロキサン基、エボキシ基、イソシアネート基、シアノ基、ニトリル基、オキソ基、アクリル基、 fosfipin 基を通常1種以上6種以内含み、各自的官能基は樹脂1gあたり $1 \times 10^{-5}$ eq～ $1 \times 10^{-2}$ eq含むことが好ましい。

【0028】これらのバインダーの単独又は組み合わされたものが使われ、ほかに添加剤が加えられる。研磨層の研磨剤とバインダーとの混合割合は、重量比で研磨剤100重量部に対してバインダー0.1～300重量部の範囲で使用される。添加剤としては分散剤、潤滑剤、研磨剤、帯電防止剤、酸化防止剤、溶剤等が加えられる。なお、バック層の粉末剤とバインダーの混合割合は、重量比で微粉末100重量部に対してバインダー8～400重量部の範囲で使用される。

【0029】前記研磨層に用いるポリイソシアネートとしては、トリレンジイソシアネート、4·4'·ジフェニルメタンジイソシアネート、ヘキサメチレンジイソシアネート、キシリレンジイソシアネート、ナフチレン-1·5-ジイソシアネート、オ-トルイジンジイソシアネート、イソホロンジイソシアネート、トリフェニルメタントリイソシアネート、イソホロンジイソシアネート等のイソシアネート類、当該イソシアネート類とポリアルコールとの生成物、イソシアネート類の縮合によって生成した2～10量体のポリイソシアネート、ポリイソシアネートとポリウレタンとの生成物で末端官能基がイソシアネートであるもの等を使用することができる。

【0030】これらポリイソシアネート類の平均分子量は100～20000のものが好適である。これらポリイソシアネートの市販されている商品名としては、コロネートL、コロネートHL、コロネート2030、コロネート2031、ミリオネートMR、ミリオネートMTL（日本ポリウレタン社製）、タケネートD-102、タケネートD-110N、タケネートD-200、タケネートD-202、タケネート300S、タケネート500（武田薬品社製）、スマッシュルT-80、スマッシュル44S、スマッシュルPF、スマッシュルL、スマッシュルN、デスマッシュルL、デスマッシュルIL、デスマッシュルN、デスマッシュルHL、デスマッシュルT65、デスマッシュル15、デスマッシュルR、デスマッシュルRF、デスマッシュルSL、デスマッシュルZ4273（住友バイエル社製）等があり、これらを単独若しくは硬化反応性の差を利用して二つ若しくはそれ以上の組み合わせによって使用することができる。また、硬化反応を促進する目的で、水酸基（ブタンジオール、ヘキサンジオール、分子量が1000～10

000のポリウレタン、水等)、アミノ基(モノメチルアミン、ジメチルアミン、トリメチルアミン等)を有する化合物や金属酸化物の触媒や鉄アセチルアセトナート等の触媒を併用することもできる。これらの水酸基やアミノ基を有する化合物は多官能であることが望ましい。これらポリイソシアネートは研磨層、バック層ともバインダー樹脂とポリイソシアネートの総量100重量部あたり2~70重量部で使用することが好ましく、より好ましくは5~50重量部である。これらの例示は特開昭60-131622号、特開昭61-74138号等の公報において示されている。

【0031】前記研磨シートに使用される粉末状潤滑剤としては、グラファイト、二硫化モリブデン、窒化硼素、弗化黒鉛、炭酸カルシウム、硫酸バリウム、酸化珪素、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化錫、二硫化タンゲステン等の無機微粉末、アクリルスチレン系樹脂微粉末、ベンゾグアナミン系樹脂微粉末、メラミン系樹脂微粉末、ポリオレフィン系樹脂微粉末、ポリエステル系樹脂微粉末、ポリアミド系樹脂微粉末、ポリイミド系樹脂微粉末、ポリフッカエチレン系樹脂微粉末等の樹脂微粉末等がある。

【0032】また有機化合物系潤滑剤としては、シリコンオイル(ジアルキルボリシロキサン、ジアルコキシボリシロキサン、フェニルボリシロキサン、フルオロアルキルボリシロキサン(信越化学社製KF96、KF69等)、脂肪酸変性シリコンオイル、フッ素アルコール、ポリオレフィン(ポリエチレンワックス、ポリプロピレン等)、ポリグリコール(エチレングリコール、ポリエチレンオキシドワックス等)、テトラフルオロエチレンオキシドワックス、ポリテトラフルオログリコール、バーフルオロアルキルエーテル、バーフルオロ脂肪酸、バーフルオロ脂肪酸エステル、バーフルオロアルキル硫酸エステル、バーフルオロアルキルスルホン酸エステル、バーフルオロアルキルベンゼンスルホン酸エステル、バーフルオロアルキル燐酸エステル等の弗素や珪素を導入した化合物、アルキル硫酸エステル、アルキルスルホン酸エステル、アルキルホスホン酸トリエ斯特、アルキルホスホン酸モノエ斯特、アルキルホスホン酸ジエ斯特、アルキル燐酸エステル、琥珀酸エステル等の有機酸および有機酸エステル化合物、トリアザインドリジン、テトラアザインデン、ベンゾトリアゾール、ベンゾトリアジン、ベンゾジアゾール、EDTA等の窒素・硫黄を含む複素(ヘテロ)環化合物、炭素数10~40の一塩基性脂肪酸と炭素数2~40個の一価のアルコールもしくは二価のアルコール、三価のアルコール、四価のアルコール、六価のアルコールのいずれか1つもしくは2つ以上とからなる脂肪酸エステル類、炭素数10個以上の一塩基性脂肪酸と該脂肪酸の炭素数と合計して炭素数が11~70個となる一価~六価のアルコールからなる脂肪酸エステル類、炭素数8~40の脂肪酸或い

10

20

30

40

は脂肪酸アミド類、脂肪酸アルキルアミド類、脂肪族アルコール類も使用できる。

【0033】これら化合物の具体的な例としては、カプリル酸ブチル、カプリル酸オクチル、ラウリン酸エチル、ラウリン酸ブチル、ラウリン酸オクチル、ミリスチン酸エチル、ミリスチン酸ブチル、ミリスチン酸オクチル、ミリスチン酸2エチルヘキシル、パルミチン酸エチル、パルミチン酸ブチル、パルミチン酸オクチル、パルミチン酸2エチルヘキシル、ステアリン酸エチル、ステアリン酸ブチル、ステアリン酸オクチル、ステアリン酸2エチルヘキシル、ステアリン酸アミル、ステアリン酸イソアミル、ステアリン酸2エチルベンチル、ステアリン酸2ヘキシルデシル、ステアリン酸イソトリデシル、ステアリン酸アミド、ステアリン酸アルキルアミド、ステアリン酸ブトキシエチル、アンヒドロソルビタンモノステアレート、アンヒドロソルビタンジステアレート、アンヒドロソルビタントリステアレート、アンヒドロソルビタントラステアレート、オレイルオレート、オレイルアルコール、ラウリルアルコール、モンタンワックス、カルナウバワックス等があり単独若しくは組み合わせ使用できる。

【0034】また前記研磨シートに使用される潤滑剤としては、いわゆる潤滑油添加剤も単独若しくは組み合わせで使用でき、防錆剤として知られている酸化防止剤(アルキルフェノール、ベンゾトリアジン、テトラアザインデン、スルファミド、グアニジン、核酸、ビリジン、アミン、ヒドロキノン、EDTA等の金属キレート剤)、錆どめ剤(ナフテン酸、アルケニルコハク酸、燐酸、ジラウリルフォスフェート等)、油性剤(ナタネ油、ラウリルアルコール等)、極圧剤(ジベンジルスルフィド、トリクロレジルフォスフェート、トリブチルホスファイト等)、清浄分散剤、粘度指数向上剤、流動点低下剤、泡どめ剤等がある。これらの潤滑剤はバインダー100重量部に対して0.01~30重量部の範囲で添加される。これらについては、特公昭43-23889号、特公昭48-24041号、特公昭48-18482号、特公昭44-18221号、特公昭47-28043号、特公昭57-56132号、特開昭59-8136号、特開昭59-8139号、特開昭61-85621号、米国特許3423233号、米国特許3470021号、米国特許3492235号、米国特許3497411号、米国特許3523086号、米国特許3625760号、米国特許3630772号、米国特許3634253号、米国特許3642539号、米国特許3687725号、米国特許4135031号、米国特許4497864号、米国特許4552794号、アイビーエムテクニカルディスクロジャーブリテン(IBM Technical Disclosure Bulletin) Vol. 9, No 7, p 779 (1966年12月)、エレクトロニク(ELEKTRONI

K) 1961年No 12, p 380、「化学便覧(応用編)」p 954-967, 1980年丸善社発行等に記載されている。

【0035】前記研磨液または前記研磨シートに使用する分散剤、分散助剤としては、カブリル酸、カブリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、バルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸、エライジン酸、リノール酸、リノレン酸、ステアロール酸、ベヘン酸、マレイン酸、フタル酸等の炭素数2~40個の脂肪酸( $R_1$ COOH,  $R_1$ は炭素数1~39個のアルキル基、フェニル基、アラルキル基), 前記の脂肪酸のアルカリ金属(Li, Na, K, NH<sub>3</sub>等)またはアルカリ土類金属(Mg, Ca, Ba等), Cu, Pb等からなる金属石鹼(オレイン酸銅), 脂肪酸アミド; レシチン(大豆油レシチン)等が使用される。この他に炭素数4~40の高級アルコール(ブタノール、オクチルアルコール、ミリスチルアルコール、ステアリルアルコール)及びこれらの硫酸エステル、スルホン酸、フェニルスルホン酸、アルキルスルホン酸、スルホン酸エステル、磷酸モノエステル、磷酸ジエステル、磷酸トリエステル、アルキルホスホン酸、フェニルホスホン酸、アミン化合物等も使用可能である。また、ポリエチレングリコール、ポリエチレンオキサイド、スルホ琥珀酸、スルホ琥珀酸金属塩、スルホ琥珀酸エステル等も使用可能である。これらの分散剤は通常一種類以上で用いられ、一種類の分散剤はバインダー100重量部に対して0.005~20重量部の範囲で添加される。これら分散剤の使用方法は、研磨剤や非研磨微粉末の表面に予め被着させても良く、また分散途中で添加してもよい。このようなものは、例えば特公昭39-28369号、特公昭44-17945号、特公昭44-18221号、特公昭48-7441号、特公昭48-15001号、特公昭48-15002号、特公昭48-16363号、特公昭49-39402号、米国特許3387993号、同3470021号等において示されている。

【0036】前記研磨液および前記研磨シートに用いる防黴剤としては、2-(4-チアゾリル)-ベンズイミダゾール、N-(フルオロジクロロメチルチオ)-フタルイミド、10·10'-オキシビスフェノキサルシン、2·4·5·6テトラクロロイソフタロニトリル、P-トリリジヨードメチルスルホン、トリヨードアリルアルコール、ジヒドロアセト酸、フェニルオレイン酸水銀、酸化ビス(トリプチル錫)、サルチルアニライド等がある。このようなものは、例えば「微生物災害と防止技術」1972年工学図書、「化学と工業」32, 904(1979)等において示されている。

【0037】研磨シートに用いるカーボンブラック以外の帶電防止剤としては、グラファイト、变成グラファイト、カーボンブラックグラフトポリマー、酸化錫-酸化アンチモン、酸化錫、酸化チタン-酸化錫-酸化アンチ

モン等の導電性粉末; サボニン等の天然界面活性剤; アルキレンオキサイド系、グリセリン系、グリシドール系、多価アルコール、多価アルコールエステル、アルキルフェノールEO付加体等のノニオン界面活性剤; 高級アルキルアミン類、環状アミン、ヒダントイン誘導体、アミドアミン、エステルアミド、第四級アンモニウム塩類、ビリジンそのほかの複素環類、ホスホニウムまたはスルホニウム類等のカチオン界面活性剤; カルボン酸、スルホン酸、ホスホン酸、磷酸、硫酸エステル基、ホスホン酸エステル、磷酸エステル基などの酸性基を含むアニオン界面活性剤; アミノ酸類; アミノスルホン酸類、アミノアルコールの硫酸または磷酸エ斯特ル類、アルキルベタイン型等の両性界面活性剤等が使用される。

【0038】これら帶電防止剤として使用し得る界面活性剤化合物例の一部は、特開昭60-28025号、米国特許2271623号、同2240472号、同2288226号、同2676122号、同2676924号、同2676975号、同2691566号、同2727860号、同2730498号、同2742379号、同2739891号、同3068101号、同3158484号、同3201253号、同3210191号、同3294540号、同3415649号、同3441413号、同3442654号、同3475174号、同3545974号、西独特許公開(OLS)1942665号、英國特許1077317号、同1198450号等をはじめ、小田良平他著「界面活性剤の合成とその応用」(横書店1972年版); A. W. ベイリ著「サーフェス アクティブ エージェンツ」(インターナショナル・パブリケーション コーポレイテッド1985年版); T. P. シスリー著「エンサイクロペディア オブ サーフェスアクティブ エージェンツ、第2巻」(ケミカルパブリッシュカンパニー1964年版); 「界面活性剤便覧」第六刷(産業図書株式会社、昭和41年12月20日); 丸茂秀雄著「帶電防止剤」(幸書房(1968))等の成書に記載されている。

【0039】これらの界面活性剤は単独または混合して添加しても良い。研磨層における、これらの界面活性剤の使用量は、研磨剤100重量部当たり0.01~10重量部である。またバック層での使用量はバインダー100重量部当たり0.01~30重量部である。これらは帶電防止剤として用いられるものであるが、時としてそのほかの目的、例えば分散の改良、潤滑性の改良、塗布助剤、湿潤剤、硬化促進剤、分散促進剤として適用される場合もある。

【0040】前記研磨シートの分散、混練、塗布の際に使用する有機溶媒としては、任意の比率でアセトン、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサン、イソホロン、テトラヒドロフラン等のケトン系; メタノール、エタノール、プロパンノール、ブタノール、イソブチルアルコール、イソブロピルアルコール、

11

メチルシクロヘキサンオールなどのアルコール系；酢酸メチル、酢酸エチル、酢酸ブチル、酢酸イソブチル、酢酸イソプロピル、乳酸エチル、酢酸グリコールモノエチルエーテル等のエステル系；ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、グリコールジメチルエーテル、グリコールモノエチルエーテル、ジオキサンなどのエーテル系；ベンゼン、トルエン、キシレン、クレゾール、クロルベンゼン、スチレンなどのタール系（芳香族炭化水素）；メチレンクロライド、エチレンクロライド、四塩化炭素、クロロホルム、エチレンクロルヒドリン、ジクロルベンゼン等の塩素化炭化水素、N・N-ジメチルホルムアルデヒド、ヘキサン等のものが使用できる。またこれら溶媒は通常任意の比率で2種以上で用いる。また1重量%以下の量で微量の不純物（その溶媒自身の重合物、水分、原料成分等）を含んでもよい。これらの溶剤は研磨層塗布液の合計固形分100重量部に対して50～2000重量部で用いられる。好みの研磨層塗布液の固形分率は5～60重量%である。有機溶媒の代わりに水系溶媒（水、アルコール、アセトン等）を使用することもできる。

【0041】研磨層の形成は上記の組成などを任意に組合せて有機溶媒に溶解し、塗布溶液として支持体上に塗布・乾燥する。この支持体は可撓性を有し、厚みが50～300μm程度（ディスクもしくはカード状の場合は0.03～10mm程度）である。素材としては、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート等のポリエステル類、ポリプロビレン等のポリオレフィン類、セルローストリニアセテート、セルロースダイアセテート等のセルロース誘導体、ポリ塩化ビニル等のビニル系樹脂類、ポリカーボネート、ポリイミド、ポリアミド、ポリスルホン等のプラスチックのほかにアルミニウム、銅等の金属、ガラス等のセラミックス等も使用できる。これらの支持体は塗布に先立って、コロナ放電処理、プラズマ処理、下塗処理、熱処理、除塵埃処理、金属蒸着処理、アルカリ処理を行ってもよい。これら支持体に関しては、例えば西独特許3338854A、特開昭59-116926号、特開昭61-129731号、米国特許4388368号；三石幸夫著『織維と工業』31巻p50～55、1975年などに記載されている。これら支持体の中心線平均表面粗さRaは0.001～5.0μmが好ましい。またこれら支持体のヤング率(F5値)は目的に応じて、幅方向、長手方向とも2～30kg/mm<sup>2</sup>（1kg/m<sup>2</sup> = 9.8Pa）を選択することができる。

【0042】分散、混練の方法には特に制限はなく、また各成分の添加順序（樹脂、粉体、潤滑剤、溶媒等）、分散・混練中の添加位置、分散温度（0～80°C）などは適宜設定することができる。研磨塗布液の調製には通常の混練機、例えば、二本ロールミル、三本ロールミル、ボールミル、ペブルミル、トロンミル、サンドグラ

10

20

30

40

12

インダー、ツェグバリ（Szegevvari）アトライター、高速インペラー、分散機、高速ストーンミル、高速度衝撃ミル、ディスパー、ニーダー、高速ミキサー、リボンブレンダー、コニーダー、インテンシブミキサー、タンブラー、ブレンダー、ディスパーザー、ホモジナイザー、単軸スクリュー押出し機、二軸スクリュー押出し機、及び超音波分散機などを用いることができる。通常、分散・混練にはこれらの分散・混練機を複数備え、連続的に処理を行う。混練分散に関する技術の詳細は、T. C. PATTON著（ティー. シー. パットン）“Paint Flow and Pigment Dispersion”（ペイントフロー アンド ピグメント ディスパージョン）1964年、John Wiley & Sons社発行（ジョン ウィリー アンド サンズ）や田中信一著『工業材料』25巻37（1977）などや当該書籍の引用文献に記載されている。これら分散、混練の補助材料として分散・混練を効率よく進めるため、球相当径で10cmΦ～0.05mmΦの径のスチールボール、スチールビーズ、セラミツクビーズ、ガラスビーズ、有機ポリマービーズを用いることができる。またこれら材料は球形に限らない。また、米国特許第2581414号及び同第2855156号などの明細書にも記載がある。本発明においても上記の書籍や当該書籍の引用文献などに記載された方法に準じて混練分散を行い研磨塗布液を調製することができる。

【0043】支持体上へ前記の研磨層用塗布液を塗布する方法としては、塗布液の粘度を1～20000センチストークス（25°C）に調整し、エアードクターコーター、ブレードコーター、エアナイフコーター、スクイズコーター、含浸コーター、リバースロールコーター、トランスファーロールコーター、グラビアコーター、キスコーター、キヤストコーター、スプレイコーター、ロッドコーター、正回転ロールコーター、カーテンコーター、押出コーター、バーコーター、リップコータ等が利用でき、その他の方法も可能であり、これらの具体的説明は朝倉書店発行の『コーティング工学』253頁～277頁（昭和46.3.20.発行）等に詳細に記載されている。これら塗布液の塗布の順番は任意に選択でき、また所望の液の塗布の前に下塗層あるいは支持体との密着力向上のためにコロナ放電処理等を行っても良い。また研磨層の多層構成は、同時多層塗布、逐次多層塗布等を行ってもよい。これらは、例えば、特開昭57-123532号公報、特公昭62-37451号公報、特開昭59-142741号公報、特開昭59-165239号公報の明細書等に示されている。

【0044】このような方法により、支持体上に約1～200μmほどで塗布された研磨層塗布液を必要により直ちに20～130°Cで多段階で乾燥したのち、形成した研磨層を0.05～10μmの厚みに乾燥する。このときの支持体の搬送速度は、通常10m/分～900m

50

/分で行われ、複数の乾燥ゾーンで乾燥温度を20°C~130°Cで制御し、塗布膜の残留溶剤量を0.1~40mg/m<sup>2</sup>とする。また必要により表面平滑化加工を施し研磨層もしくはバック層の中心線平均表面粗さを0.001~0.3μm(カットオフ0.25mm)とし、所望の形状に裁断したりして、本発明の研磨シートを製造する。これらの製造方法は粉体の予備処理・表面処理、混練・分散、塗布・乾燥、平滑処理、熱処理、EB処理、表面研磨処理、裁断、巻き取りの工程を連続して行うことが望ましい。

【0045】これらは例えば、特公昭40-23625号、特公昭39-28368号、特公昭47-38802号、英国特許1191424号、特公昭48-111336号、特開昭49-53631号、特開昭50-112005号、特開昭51-77303号、特公昭52-17404号、特開昭60-70532号、特開平2-265672号、米国特許第3473960号、米国特許第4728569号、米国特許4746542号等に示されている。また、特公昭41-13181号に示される方法はこの分野における基本的、且つ重要な技術と考えられている。

【0046】このように作成した研磨シートを所定の形状に裁断または打ち抜く。これ以前の工程において研磨シートのバーニッシュおよびまたはクリーニングを行うことが望ましい。バーニッシュは研磨シートを具体的にサファイア刃、剃刀刃、超硬材料刃、ダイヤモンド刃、セラミックス刃のような硬い材料により研磨シート表面の突起部分をそぎおとし平滑にする。これら材料のモース硬度は8以上が好ましいが特に制限はなく突起を除去できるものであれば良い。これら材料の形状は特に刃である必要はなく、角型、丸型、ホイール(回転する円筒形状の周囲にこれらの材質を付与しても良い)のような形状でも使用できる。また研磨シートのクリーニングは、研磨シート表面の汚れや余分な潤滑剤を除去する目的で研磨シート表層を不織布などで研磨層面をワイピングすることにより行う。このようなワイピングの材料としては例えば日本バイリーン製の各種バイリーンや東レ社製のトレシー、エクセーヌ、商品名キムワイブ、富士写真フィルム社製各種研磨テープ、また不織布はナイロン製不織布、ポリエステル製不織布、レーヨン製不織布、アクリロニトリル製不織布、混紡不織布など、ティッシュペーパー等が使用できる。これらは例えば特公昭46-39309号、特公昭58-46768号、特開昭56-90429号、特公昭58-46767号、特開昭63-259830号、特開平1-201824号等にも記載されている。

\*

## 〔研磨液組成：A〕

研磨剤(シリカゲル、平均粒子サイズ7nm、

比表面積S<sub>BET</sub> 350m<sup>2</sup>/g)：

水(蒸留水)：

\*【0047】前記研磨シートに使用される研磨剤、バインダー、添加剤(潤滑剤、分散剤、帯電防止剤、表面処理剤、カーボンブラック、研磨剤、遮光剤、酸化防止剤、防黴剤等)、溶剤及び支持体(下塗層、バック層、バック下塗層を有してもよい)或いはその製法に関しては、特公昭56-26890号等に記載されている製造方法等を参考にできる。

## 【0048】

【実施例】以下に、本発明の研磨液の実施例および比較例を示し、その特性を評価する。なお実施例中の「部」とあるのは「重量部」のことである。

【0049】<実施例1~15>本例の研磨液は、下記組成Aによって調整してなるもので、研磨剤としてのシリカゲルの配合量X部を5, 10, 15部に変更し、水の配合量Y部を95~50部に変更し、さらに、エチルアルコールの配合量を5~50部(濃度5~48wt%)に変更して、各実施例の研磨液を表1のように得た。

【0050】<比較例1~6>同様に比較例としての研磨液を、研磨剤としてのシリカゲルの配合量X部を5, 10, 15部に変更し、水の配合量Y部を100, 40部に変更し、さらに、エチルアルコールの配合量を0, 60部(濃度0, 57wt%)に変更して、各比較例の研磨液を表1のように得た。

【0051】上記のような各実施例および比較例の研磨液における初期状態、2週間および6週間経時後の性状、並びに、6週間経時後の研磨性の評価結果を表1に示す。経時条件としては、温度23°C、湿度60%RHである。また、初期状態および経時後の性状判定は、○は研磨剤の凝集、研磨液のゲル化または固化の発生していない正常状態を表している。研磨性の評価は、各研磨液を実際の研磨に使用して、○は所定の研磨特性が得られたもの、×は研磨液のゲル化もしくは固化により研磨部分への供給不能か、研磨液の粘度不足で研磨性が得られなかつた状態を示している。

【0052】なお、前記研磨性の評価に使用した研磨シートは、下記組成Bで調整した研磨層塗布液を、厚みが75μmのポリエステル支持体に3μm厚さとなるようバーコート塗布して研磨層を形成した。この研磨シートを、直徑130mmのディスク形状に打ち抜き、ゴム製回転板上に貼り付け、この回転板を100rpmで回転させながら、光コネクターフェールールをその上で遊星運動させ先端を研磨層に接触させて、各研磨液による遊離砥粒液を供給しつつ研磨を20秒行った。

## 【0053】

X部

Y部

15

エチルアルコール：

〔塗布液組成：B〕

研磨剤（酸化クロム0.2μm）：

16

Y部

100部

バインダー（ポリエステルポリウレタン、スルホン酸基

 $3 \times 10^{-3}$ 当量/g、エポキシ基 $2 \times 10^{-5}$ 当量/g) :

10部

バインダー（ポリイソシアネート、トリメチロールプロパン

(1モル)のTDI(3モル)付加物) :

4部

分散剤（レシチン）：

1部

潤滑剤（オレイン酸銅）：

1部

希釈剤（メチルエチルケトン／シクロヘキサン=2/1) :

200部

希釈剤（トルエン/MIBK) :

150部

【0054】

\* \* 【表1】

	研磨剤 X部	水 Y部	エタノール Z部	濃度 WT%	初期 状態	経時後(23°C 60%RH)		
						2週間後	6週間後	研磨性
比較例1	5	100	0	0	○	○	○	×
実施例1	5	95	5	5	○	○	○	○
実施例2	5	90	10	9.5	○	○	○	○
実施例3	5	80	20	19	○	○	○	○
実施例4	5	70	30	29	○	○	○	○
実施例5	5	50	50	48	○	○	○	○
比較例2	5	40	60	57	○	○	○	×
比較例3	10	100	0	0	○	○	○	×
実施例6	10	95	5	4.5	○	○	○	○
実施例7	10	90	10	9	○	○	○	○
実施例8	10	80	20	18	○	○	○	○
実施例9	10	70	30	27	○	○	○	○
実施例10	10	50	50	45	○	○	○	○
比較例4	10	40	60	55	○	○	○	×
比較例5	15	100	0	0	○	○	○	×
実施例11	15	95	5	4.5	○	○	○	○
実施例12	15	90	10	9	○	○	○	○
実施例13	15	80	20	17	○	○	○	○
実施例14	15	70	30	26	○	○	○	○
実施例15	15	50	50	43	○	○	○	○
比較例6	15	40	60	52	○	○	○	×

【0055】上記表1の結果、本発明実施例による研磨液は、初期状態並びに2週間および6週間後の経時後においても、いずれにもゲル化および固化は見られず状態は正常であり、良好な研磨性も得られた。これに対して、比較例では初期状態はいずれも正常であったが、エチルアルコールを添加していないものでは、比較例1および3のように6週間後にゲル化するか、比較例5のように2週間後にゲル化し6週間後には固化して、研磨に供給することができなかった。また、エチルアルコールを多量に添加した比較例2、4および6では、6週間の

経時後でもゲル化または固化は見られなかつたが、アルコールを多量に添加していることで研磨液における研磨剤の有効濃度が低下して研磨能力が小さく、良好な研磨性が得られなかつた。

## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一つの実施の形態による研磨液を使用した研磨状態を概念的に示す斜視図

## 【符号の説明】

- 1 被研磨体
- 2 フェルール

(10)

特開平10-273648

17

18

3 光ファイバ  
5 研磨シート

\* 16 研磨液

\*

【図1】

